## (9) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

## <sup>™</sup> Offenlegungsschrift <sup>™</sup> DE 3738913 A1

(5) Int. Cl. 4: B 01 D 53/14

B 01 D 53/34 // B01D 53/18,3/00, C01B 17/16,17/60, 31/20



DEUTSCHES PATENTAMT

(2) Aktenzeichen: P 37 38 913.0 (2) Anmeldetag: 17. 11. 87

43 Offenlegungstag: 24. 5.89

71) Anmelder:

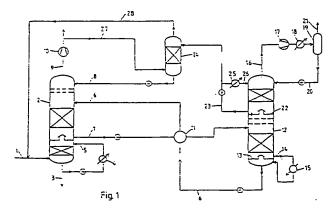
Linde AG, 6200 Wiesbaden, DE

2 Erfinder:

Becker, Hans, Dr., 8000 München, DE; Sporer, Josef, Dipl.-Ing., 8121 Wielenbach, DE

(S) Verfahren und Vorrichtung zur Auswaschung von Sauergasen aus Gasgemischen

Es wird ein Verfahren zur Auswaschung von Sauergasen, wie  $SO_2$ ,  $CO_2$  und/oder  $H_2S$  aus Gasgemischen beschrieben. Um eine erhöhte Reinheit der Gasgemische zu erreichen, wird das zur Rückwaschung von Waschmittel verwendete Kondensat aus der Waschmittelregeneriersäule durch Strippung mit Gas von gelösten Sauergasbestandteilen befreit.



BEST AVAILABLE COPY

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Auswaschung von Sauergasen, wie z.B. SO2, CO2 oder H2S, aus diese Bestandteile als Verunreinigungen enthaltenden Gasgemischen mit einem regenerierbaren Waschmittel in einer. Waschsäule, wobei der Wäsche mit dem Waschmittel eine Wasserwäsche mit einem im Prozeß anfallendem Kondensat nachgeschaltet ist.

Es ist bekannt, zur Minimierung der Waschmittelverluste durch Austrag mit dem Reingas, bei Sauergaswäschen oberhalb des Sauergas-Waschabschnitts eine Wasserwäsche vorzusehen, welche Waschmitteldämpfe und mitgerissene Tröpfchen aus dem Gas aufnimmt und 15 dem Waschmittelkreislauf wieder zuführt.

Normales Leitungswasser ist zur Rückwaschung des Waschmittels nicht geeignet, da sich dabei ständig Salze im Waschmittel anreichern würden. Andererseits ist entsalztes Wasser in den meisten Fällen aus Kosten- 20 gründen nicht einsetzbar. Überdies ergibt sich bei Zugabe von Importwasser eine vergrößerte Abwassermenge. Deswegen besteht das zur Rückwaschung verwendete Wasser in den meisten Fällen aus Kondensat aus dem Rückwaschteil einer Waschmittelregeneriersäule 25 und Laugen (NaOH, KOH, Ca(OH)2, NH3).

Dieses bekannte Verfahren, obwohl es große Mengen an Sauergasen aus beispielsweise Rauchgasen zu entfergasgehalt des Reingases immer noch relativ hoch ist und somit bisweilen nicht den gestellten Reinheitsforderun-

Es ist daher die Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Auswaschung von Sauerga- 35 sen, wie SO2, CO2 und/oder H2S aus Gasgemischen kostengūnstig so auszugestalten, daß das verwendete Rückwaschwasser mit geringem Aufwand möglichst sauergasfrei zur Verfügung steht und daß somit eine erhöhte Reinheit der Gasgemische bezüglich Sauerga- 40 sen erreicht werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß das Kondensat vor seiner Verwendung in der Wasserwäsche von gelösten Sauergasbestandteilen befreit wird.

Wie nämlich erfindungsgemäß festgestellt wurde, ist das bei dem bekannten Verfahren verwendete Kondensat mit Sauergas gesättigt und da der Sauergaspartialdruck im Kopf der Waschmittelregeneriersäule relativ hoch ist (z.B. p 0,3 bar für SO2), enthält auch das Kon- 50 densat eine relativ hohe absorbierte Sauergasmenge. Beim Eintritt dieses Kondensats in den Rückwaschteil der Waschsäule wird nun der Sauergaspartialdruck über dem Kondensat praktisch auf Null verringert (bei 50 ppm SO<sub>2</sub> in dem von Sauergas weitgehend befreiten 55 Gas beträgt der SO<sub>2</sub>-Partialdruck 0,00005 bar).

Dabei ergibt sich der Nachteil, daß somit alles SO2 aus dem Kondensat ausgestrippt wird, was zur erneuten Verunreinigung des in der Waschsäule weitgehend von Sauergas befreitem Gases führt. Da das Sauergas je- 60 rückgeführt wird. Die SO2-Auswaschung erfolgt im doch physikalisch im Kondensat gelöst ist, ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren seine Ausgasung durch Absenken des Partialdruckes.

In vorteilhafter Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt das Absenken des Partialdruckes 65 Waschsäule 2 eine Waschmittelrückwaschung mit Kondurch Strippen in einer Strippsäule mit Gas. Da es sich um relativ kleine Kondensatmengen handelt, genügen auch relativ kleine Strippgasmengen für eine ausrei-

chende Reinigung, was sich kostengünstig auswirkt. Als Strippgas kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren z.B. Luft verwendet werden, wobei die mit den abgestrippten Komponenten beladene Luft in den unteren Teil der Waschsäule geführt wird. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird jedoch zum Strippen ein Teil des in der Wäsche gereinigten Gases verwendet.

In Weiterbildung des Erfindungsgedankens stammt das zur Rückwaschung von Waschmittel benötigte mit 10 SO2 und/oder H2S beladene Kondensat aus der Waschmittelregenerierung, wobei das Kondensat dem oberen Abschnitt einer Waschmittelwarmregeneriersäule entnommen und in den oberen Abschnitt der Strippsäule geführt wird.

Im übrigen ist das erfindungsgemäße Verfahren bei der Reinigung von Synthesegasen, Rauchgasen und sonstigen durch Sauergase verunreinigten Gasen anwendbar. Für die Wäsche sind dabei unter anderem folgende Waschmittel einsetzbar:

Alle Arten von Polyethylenglykolether, N-methylpyrrolidone, diverse Amine (Monoethanolamin, Diethanolamin, Methyldiethanolamin, Diisopropanolamin, Triethanolamin), sowie deren Mischungen mit anderen organischen Verbindungen, wäßrige Carbonatlösungen

(Linde-Berichte aus Technik und Wissenschaft, Nr. 56 Die Erfindung betrifft überdies eine Vorrichtung zur (1984), Bild 1).

Durchführung des Verfahrens mit einer Waschsäule und einer Waschmittelregeneriersäule, wobei eine Leitung für beladenes Waschmittel von der Waschsäule zu dem nen gestattet, hat jedoch den Nachteil, daß der Sauer- 30 mittleren Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule und eine Leitung für regeneriertes Waschmittel vom unteren Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule zu dem oberen Abschnitt der Waschsäule führt. Der obere Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule ist weiterhin über eine Leitung für beladenes Kondensat mit einer Strippsäule verbunden, die wiederum über eine Leitung für reines Kondensat mit dem oberen Abschnitt der Waschsäule verbunden ist Eine zusätzliche Leitung für weitgehend sauergasfreies Gas führt von dem oberen Abschnitt der Waschsäule in den unteren Abschnitt der Strippsäule.

Im folgenden sei die Erfindung anhand eines schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläu-

Rohgas (10238 Nm3/h) tritt durch Leitung 1 in den unteren Teil einer Waschsäule 2 ein. Das Rohgas hat folgende Zusammensetzung:

N <sub>2</sub>	67,4 mol.%
O <sub>2</sub>	8,9 mol.%
$CO_2$	7,2 mol.%
SO <sub>2</sub>	7,9 mol.%
H <sub>2</sub> O	8,6 mol.%

In dem unteren Teil der Waschsäule 2 erfolgt eine Wasservorwäsche. Das Abwasser verläßt die Waschsäule 2 durch Leitung 3, wobei ein Teil abgezweigt und nach Kühlung 4 über Leitung 5 in die Waschsäule zumittleren Teil der Waschsäule 2 mit regeneriertem Waschmittel aus Leitung 6, wobei das beladene Waschmittel über Leitung 7 wieder aus der Waschsäule abgezogen wird. Der SO2-Wäsche ist im oberen Teil der densat aus Leitung 8 nachgeschaltet, wobei das gereinigte Gas (8808 Nm<sup>3</sup>/h) über Leitung 9 und Verdichter 10 die Waschsäule 2 mit folgender Zusammensetzung 5

60

verläßt:

N <sub>2</sub>	78,3 mol.%	
$O_2$	10,4 mol.%	
CO₂	8,3 mol.%	
H₂O	3,0 mol.%	
SO₂	50 ppm	

Das die Waschsäule 2 über Leitung 7 verlassende 10 Waschmittel wird nun nach Anwärmung in Wärmetauscher 11 in den mittleren Teil einer Waschmittelregeneriersäule 12 eingeführt, wo das in dem Waschmittel enthaltenes Sauergas durch Wärme abgetrieben und das regenerierte Waschmittel über Leitung 6 nach Abkühlung in Wärmetauscher 11 wieder in die Waschsäule zurückgeführt wird. Dabei wird das Waschmittel oberhalb des Kaminbodens 13 von der Waschmittelregeneriersäule 12 über Leitung 14 abgezogen, nach Anwärmung 15 unterhalb des Kaminbodens 13 in die Wasch- 20 mittelregeneriersäule 12 zurückgeführt. Das abgetriebene Sauergas verläßt die Waschmittelregeneriersäule 12 über Leitung 16 und wird nach Verdichtung 17 und Kühlung 18 einem Abscheider 19 zugeführt. Kondensat aus dem Abscheider 19 wird über Leitung 20 wieder in 25 die Waschmittelregeneriersäule 12 zurückgeführt, während das Sauergas (860: Nm/h) den Absebe de 19 uber 19 Leitung 21 mit folgender Zusammensetzung verläßt:

SO₂	92,9 mol.%	30
CO₂	1,3 mol.%	
H₂O	5,8 mol.%	

Von dem oberen Teil der Waschmittelregeneriersäule 35 12 wird oberhalb des Kaminbodens 22 ein mit SO<sub>2</sub> beladenes Kondensat (161,4 Nm³/h H<sub>2</sub>O, 0,50 Nm³/h SO<sub>2</sub>) über Leitung 23 abgezogen und in den oberen Teil einer Strippsäule 24 geführt, wobei ein Teil zuvor abgezweigt und nach Abkühlung 25 wieder in die Waschmittelregeneriersäule 12 über Leitung 26 gegeben wird.

In der Strippsäule 24 wird das in dem Kondensat enthaltenen Sauergas mit einem Teil des in der Wäsche gereinigten Gases (175 Nm³/h) aus Leitung 27 abgestrippt, verläßt die Strippsäule 24 über Leitung 28 (177,0 45 Nm³/h) und wird dem Rohgas in Leitung 1 mit folgender Zusammensetzung beigemischt:

$N_2$	77,4 mol.%	
$O_2$	10,3 mol.%	50
SO <sub>2</sub>	0,3 mol.%	
H₂O	3,8 mol.%	
$CO_2$	8,1 mol.%	

Das gereinigte Kondensat (0,005 Nm³/h SO<sub>2</sub>, 159,9 Nm³/h H<sub>2</sub>O) wird über Leitung 8 von der Strippsäule 24 abgezogen und auf den Kopf der Waschsäule 2 zur Rückwaschung von im Reingas enthaltenen Waschmittel aufgegeben.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Auswaschung von Sauergasen, wie z.B. SO<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub>S, aus diese Bestandteile 65 als Verunreinigungen enthaltenden Gasgemischen mit einem regenerierbaren Waschmittel in einer Waschsäule, wobei der Wäsche mit dem Waschmit-

tel eine Wasserwäsche mit einem im Prozeß anfallendem Kondensat nachgeschaltet ist, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat vor seiner Verwendung in der Wasserwäsche von gelösten Sauergasbestandteilen befreit wird.

- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat durch Absenken des Partialdruckes von gelösten Gasbestandteilen befreit wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Absenken des Partialdruckes durch Strippen mit Gas in einer Strippsäule erfolgt.
- 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das zur Strippung verwendete Gas aus einem Teil des in der Wäsche gereinigten Gases besteht.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas Luft ist.
- 6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat mit  $SO_2$  beladen ist.
- 7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat mit H<sub>2</sub>S beladen ist.
- 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensat aus der Waschmittelregenerierung stammt.
- 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet daß das Kontens udermöberen Abschnitt einer Waschmittelregeneriersäule entnommen wird und in den oberen Abschnitt der Strippsäule geführt wird.
- 10. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, mit einer Waschsäule (2), und einer Waschmittelregeneriersäule (12), dadurch gekennzeichnet, daß die Waschsäule (2) mit der Waschmittelregeneriersäule (12) so verbunden ist, daß eine Leitung (7) für beladenes Waschmittel von der Waschsäule (2) zu dem mittleren Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule (12) und eine Leitung (6) für regeneriertes Waschmittel vom unteren Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule (12) zu dem oberen Abschnitt der Waschsäule (2) führt und daß ferner der obere Abschnitt der Waschmittelregeneriersäule (12) über eine Leitung (23) für beladenes Kondensat mit einer Strippsäule (24) verbunden ist, die wiederum über eine Leitung (8) für reines Kondensat mit dem oberen Abschnitt der Waschsäule (2) verbunden ist, wobei eine zusätzliche Leitung (27) für weitgehend sauergasfreies Gas von dem oberen Abschnitt der Waschsäule (2) in den unteren Abschnitt der Strippsäule (24) führt.

3738913,

H 87/81

Nummer: Int. Cl.<sup>4</sup>:

Anmeldetag:
Offenlegungstag:

37 38 913 B 01 D 53/14 17. November 1987 24. Mai 1989

9\*

20 28

908 821/390